

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

09/101341
PCT/SE96/01698

PRV

PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET
Patentavdelningen

REC'D 04 FEB 1997
WIPO PCT



**Intyg
Certificate**

Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.

(71) Sökande Mönlycke AB, Göteborg SE
Applicant (s)

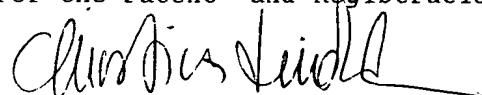
(21) Patentansökningsnummer 9600087-2
Patent application number

(86) Ingivningsdatum 1996-01-10
Date of filing

PRIORITY DOCUMENT

Stockholm, 1997-01-14

För Patent- och registreringsverket
For the Patent- and Registration Office


Christina Lindholm

Avgift
Fee

**PATENT- OCH
REGISTRERINGSVERKET
SWEDEN**

Postadress/Adress
Box 5055
S-102 42 STOCKHOLM

Telefon/Phone
+46 8 782 25 00
Vx 08-782 25 00

Telex
17978
PATOREG S

Telefax
+46 8 666 02 86
08-666 02 86

Förfarande för framställning av absorberande material, absorberande material samt absorberande alster innehållande materialet ifråga.

5 **Tekniskt område**

Föreliggande uppfinning avser ett förfarande för framställning av polysackaridfiber, den sålunda framställda polysackaridfibern samt ett absorberande alster innehållande polysackaridfiber.

10

Bakgrund

15

Superabsorbenter, det vill säga absorptionsmaterial med förmåga att absorbera flera gånger, vanligen mer än tio gånger, sin egen vikt av vatten eller kroppsvätska, används i absorberande alster såsom blöjor, inkontinensskydd och dambindor, för att öka absorptionskapaciteten och hållandeförmågan hos alstrets absorptionskropp, vilken vanligtvis i övrigt består av cellulosafluff, så kallad fluffmassa.

20

Den mest använda polymeren som bas för en superabsorbent är polyakrylsyra. Polyakrylsyra framställs med olja som råvara. Detta utgör ett problem ur miljösynpunkt, då råolja är en ej förnyelsebar naturtillgång.

25

För att lösa detta problem har gjorts försök att utveckla superabsorbenter baserade på förnyelsebara råvaror. Bland annat har olika polysackarider såsom stärkelse och cellulosa använts som råvaror.

30

En polymer som används mycket i detta sammanhang är karboximetylcellulosa. Den är ett derivat av cellulosa med karboxymetyl som substituent. Polymerens egenskaper är beroende av polymerisationsgrad, DP, och substitutionsgrad, DS. Karboximetylcellulosa är relativt billig och har hög affinitet för vattenbaserade vätskor.

35

Att blanda in vattenlöslig karboximetylcellulosa i absorberande alster såsom blöjor, inkontinensskydd och dambindor är dock förenat med

stora nackdelar. Vid vätning under användning kommer den lösta karboximetylcellulosan att öka viskositeten på den av användaren avsöndrade vätskan. Detta kommer dramatiskt att minska spridningshastigheten för vätskan. Sk. gelblockering uppstår.

- 5 Karboximetylcellulosa med en substitutionsgrad under 0.35 är ej vattenlöslig och skulle ur gelblockeringssynpunkt därför kunna användas i absorberande alster. Absorptionsegenskaperna för karboximetylcellulosa med en substitutionsgrad mindre än 0.35 är dock dåliga, jämfört med polyakrylater. Det vill säga, för att erhålla goda
10 absorptionsegenskaper krävs det att substitutionsgraden är större än 0.35 men en sådan karboximetylcellulosa är vattenlöslig vilket ger problem med gelblockering.

- 15 En annan nackdel med de för dagen kommersiellt tillgängliga superabsorbenterna är administreringsformen. Superabsorbenten tillsätts vanligen till det alster i vilket den skall ingå, i form av korn, flingor eller granuler. Att tillsätta superabsorbent i denna form kräver en speciell doseringsutrustning och det är svårt att få en jämnn fördelning av superabsorbent i den fibrösa massakroppen.

- 20 Att ha superabsorbent i fiberform skulle göra denna lättare att dosera. Eftersom den absorptionskroppen superabsorbenten skall administreras i är vanligen är bestående av fibrer finns en risk att en partikelformig superabsorbent separeras från fibermatrisen. Med fiberformig superabsorbent avhjälps detta problem. Polyakrylatfibrer finns kommersiellt tillgängliga, men har inte använts i någon större utsträckning. Detta är troligtvis beroende på deras höga pris och dåliga svällningsegenskaper.

- 25 30 En del försök har gjorts med att tillverka polysackaridfibrer för användning i hygienprodukter. WO 93/12275 visar lösningsmedelsspinnning av polysackaridfiber. Polysackaridfibrer åstadkomna enligt känd teknik har dock för dåliga svällningsegenskaper för att vara intressanta som ersättning för konventionellt superabsorberande material.

35

Ändamålet med uppföringen.

- 5 **Ett ändamål med uppföringen är att åstadkomma ett superabsorberande material som är baserat på en förnyelsebar råvara och som har godtagbar prestanda jämfört med konventionella superabsorberande material.**
- 10 **Ett ytterligare ändamål med uppföringen är att framställa ett superabsorberande material i en administreringsform som underlättar jämn dosering av det superabsorberande materialet till en massakropp.**

Kort beskrivning av uppföringen

- 15 **Ett förfarande för framställning av en polysackaridfiber av det inledningsvis omtalade slaget uppvisande egenskaper som gör att ovannämnda problem förknippade med konventionella superabsorberande material undviks, kännetecknas enligt uppföringen av att polysackariden löses i ett lösningsmedel, att lösningen extruderas ned i ett bad innehållande ett med vatten blandbart organiskt lösningsmedel, företrädesvis en alkohol, såsom metanol, etanol eller isopropanol, eller en keton såsom aceton samt en tvärbindare såsom en polyelektrolyt eller ett metallsalt, företrädesvis ett salt av en två-, tre-, eller fyrvärd jon, såsom kalcium, magnesium, järn, aluminium eller zirkonium.**
- 20
- 25

Beskrivning av uppföringen.

- 30 **De polysackarider som kan användas för framställning av en polysackaridfiber enligt uppföringen är exempelvis karbōximetylcellulosa, starkelse, cellulosa xanthan, gelan, chitin, chitosan, guar gummi, alginat.**
- 35 **Som nämns ovan lampar sig karbōximetylcellulosa, som är ett derivat av cellulosa, speciellt val för detta ändamål. Polymerens egenskaper är beroende av polymerisationsgrad, DP, och substitutionsgrad, DS.**

- Polymerisationsgraden, DP, anger antalet monomerenheter i polymerkedjan vilket påverkar viskositeten hos en vattenlösning av polymeren.
- 5 Substitutionsgraden, DS, anger medeltalet karboximetylsubstituenter på polymerkedjan. Substitutionsgraden påverkar polymerens svällningsegenskaper och en substitutionsgrad över 0.35 ger en vattenlöslig polymer.
- 10 Som tidigare nämnts skulle det för att få hög absorptionsförmåga, vara önskvärt med en substitutionsgrad på över 0.35. Detta ger emellertid en vattenlöslig polymer och därigenom färs problem med gelblockering.
- 15 Det vore följaktligen önskvärt att framställa en karboximetylcellulosa med en substitutionsgrad större än 0.35 som ej är löslig i vatten. Detta åstadkommes enligt uppsättningen genom att polymeren tvärbinds. Denna tvärbindning kan vara kovalent eller jonisk.
- 20 Att för denna tvärbindning använda konventionella tvärbindare, såsom epiklorhydrin och formaldehyd, gör att koagulatet faller ut mycket långsamt och fastnar vid dysan, vilket skulle orsak stora störningar i en storskalig process.
- 25 Enligt uppsättningen jonttvärbinds polymeren med hjälp av polyelektrolyter eller flervarda metalljoner, exempelvis calcium, zirkonium, aluminium eller jarn (III). Denna tvärbindning fungerar, när det är karboximetylcellulosa som tvärbinds, troligtvis på det sättet att bindningar bildas mellan karboxylgrupperna. Salter som tvärbindare ger lattspunna fibrer. Den flervarda metalljonen eller polyelektrolyten foreligger i ett salt vilket skall vara vattenlösligt. Motjonen, det vill säga anjonen, till metalljonen eller polyelektrolyten väljs därefter. En lämplig anjon är klorid.
- 30 35 Den tvärbindna superabsorbenten skall sedan fördelas i en absorptionskropp, vilken vanligtvis består av cellulosamassa. Den kan föreligga i rullar, baler eller ark som torrdesibreras och överförs i flufflad form till en massamat. Materialet i absorptionskroppen kan, som nämnts, vara cellulosafibrer. Exempel på andra möjliga fibrer är

bomullsfibrer och syntetfibrer. Det är även känt att i absorptionskroppen använda ett skummat material.

5 Problemen med att jämnt admininistrera superabsorbent i form av korn, flingor eller granuler löses genom enlgt uppfinningen genom att välja en annan administreringsform, nämligen fibrer.

10 Dessa fibrer åstadkommes enlgt uppfinningen genom lösningsmedelsspinning. Denna tillgår så att en lösning av polymer pumpas till en spinndysa, extruderas genom ett dysan ut i ett bad innehållande ett med vatten blandbart, organiskt lösningsmedel såsom en alkohol. Detta lösningsmedel får polymeren att falla ut och bilda fibrer.

15 Extruderingsbadet kan även innehålla vatten. Andelen vatten i extruderingsbadet bestäms av att en viss lägsta halt av det organiska lösningsmedlet behövs för att få fibrer av bra kvalitet. Denna lägsta halt är ca. 70 vol%. Andelen vatten i extruderingsbadet kan följdaktligen vara ca. 0-30 vol%.

20 När polysackariden som tidigare varit löst i vatten faller ut i extruderingsbadet, kommer detta att berikas med vatten. Av ovan nämnda skäl, måste detta avlägsnas kontinuerligt så att halten organiskt lösningsmedel inte understiger ca. 70 vol%.

25 Extruderingsbadet innehåller, förutom det organiska lösningsmedlet, tvärbindare. Detta försvarande resulterar i en samtidig fiberbildning och tvärbindning av polymeren.

30 Fibrerna rullas upp ur extruderingsbadet, torkas och klipps i lämpliga längder. En lämplig fiberlängd är 2-20 mm, företrädesvis 4-8 mm. Efter detta kan de blandas in i absorptionskroppar avsedda för användning i absorberande alster såsom blöjor, inkontinensskydd och dambindor.

35 Enligt ett alternativt utförande av uppfinningen kan fibrerna även efterbehandlas. Efterbehandlingen består i att fibrerna tvärbinds kovalent. Det har överraskande visat sig att den kovalenta tvärbindningen avsevärt ökar den kapillära vätskehållande förmagan hos fibrerna.

5 Följande förklaring till varför den kovalenta tvärbindningen ökar den vätskehållande förmågan skall endast ses som en teori till hur uppfinningen kan antas fungera. Den beskrivna teorin skall inte anses begränsa uppfinningen utan är endast avsedd som en tänkbar modell för uppfinningens funktionssätt, avsedd att underlätta förståelsen av uppfinningen.

10 10 Förlaringen till den överraskande goda hållandeförmågan hos de kovalent bundna fibrerna kan vara att de kovalent tvärbindna fibrerna sväller snabbt och mycket. Risken för gelblockering minskar, ett fibernetverk innehållande de kovalent tvärbindna fibrerna har mycket stora porer svällt tillstånd. Speciellt i längsled expanderar fibrerna snabbt och mycket vilket gynnar expansionen av de nätverk i vilket de kovalent tvärbindna fibrerna är inblandade och därigenom ökar spridningen av vätska i nätverket.

15 20 Den kovalenta yttvärbindningen kan göras med olika konventionella tvärbindare, till exempel: 2,4,6-triklor-1,3,5-triazin, epiklorhydrin, bis(epoxypropyl)eter, dikloretan, divinylsulfon, etenglykol-bis(epoxypropyl)eter, formaldehyd, vinylcyklohexan dioxid, 1,3-dikloro-2-propanol, 1,3-bis(β -hydroxi-T-kloropropoxy)-2-propanol, 1,3-bis(β -hydroxi-T-kloropropoxy)etan, 1,2:3,4-diepoxybutan, 1,1:5,6-diepoxyhexan, 2,3-dibromo-1-propanol, 2,3-dikoro-1-propanol, 2,2-dikoroetyleter, methylbis(akrylamid), N,N'-dimetylolt(methylbis(akrylamid)), trisakrylolhexahydrotriazin, akrylamidometyl kloroacetamid, 2,4,6-triklorpyrimidin, 2,4,5,6-tetraklorpyrimidin, cyanuric klorid, triallyl cyanurat, diklorattikssyra, fosfor oxyklorid, bis(akrylamido)attikssyra.

25 30 Dessa tvärbindare och siffrorande för tvärbindning med dessa finns beskrivet av Dean, Ferguson och Holst i boken "Absorbency", redigerad av P. K. Chatterjee, Elsevier Science Publishing Company, 1985.

30 35 Ett till extruderings alternativt siffrorande för tillverkning av poysackaridsfibrer enligt uppfinningen är gjutning. Vid såväl extruderings som gjutning sprutas polysackaridsfibrerna ut i ett bad innehållande lösningsmedel och tvärbindare såsom beskrivits ovan. Vid gjutning

sprutas emellertid inte lösningen ut genom en dysa såsom vid extruderingsfibrer erhålls istället genom att lösningen sprutas mot en i badet roterande platta.

- 5 Polysackaridfibrerna enligt uppfinningen kan användas som konventionella superabsorbenter, det vill säga blandade med fluffmassa eller applicerade i lager mellan fluffmassa eller mellan tissuestrider. De kan också kombineras med andra superabsorbenter.
- 10 Uppfinningen är ej begränsad till de kombinationer som här beskrivits, utan omfattar alla kombinationer av lösningsmedel, tvärbindare och polysackarider.

9
1
6
5
3
2

Utföringsexempel

5 Exempel 1- Spinning av CMC-fibrer med olika aluminiumhalt.

Utrustning

En laboratorieutrustning för rayonspinning användes. Denna visas i figur 1.

10

Utrustningen bestod av:

En tryckkammare, i detalj visad i figur 2.

En kugghjulspump

En spinndysa

15

En rektangulär (890x195x190 mm) tank i plexiglas för extruderingsbadet.

20

En avluftad karboximetylcellulosa(CMC)lösning 1 placerades i en tryckkammare 2 i en bågare 10. En blyvikt 11 lades på. Kammaren 2 förseglades och luft med 7.5 bars tryck pressade CMC-lösningen genom ett stålör 12 via en kugghjulspump 4 till spinndysan 3. Blyvikten 11 förhindrade att luft kom in mellan CMC-lösningen 1 och stålörret 12. Spinndysan 3 innehöll 20 stycken häl 5, vardera med en diameter på 200 µm.

25

Genom spinndysan 3 extruderades CMC-lösningen 1 ut i extruderingsbadet 7. Extruderingsbadet 7 innesattade etanol och aluminiumklorid.

30

CMC-fibrer 8 drogs igenom extruderingsbadet med hjälp av vals 9 driven av en elektrisk motor med varierbar hastighet. En glasstav användes för att hålla CMC-fibrerna under ytan på extruderingsbadet.

35

Efter detta tvättades fibrerna i etanol (95%). Fibrerna fick ligga två minuter i alkoholen. Detta förfarande upprepades två gånger. De tvättade fibrerna torkades i rumstemperatur. Fibrerna klipptes i längder om 6 mm.

Förfarande för beredning av karboximetylcellulosalösningen.

5 Olika koncentrationer av CMC testades: 8% Cekoi 10000 och 7% Cekol
50000 från Metsä-Särla Oy. Cekol 10000 och Cekol 50000 har samma
DS (0.6-0.9) men Cekol 50000 har större DP än Cekol 10000.

10 CMC i granulär eller pulverform blandades med vatten. Onrörning
skedde manuellt. Blandning fickstå i en sluten behållare under minst
två dagar.

15 Blandningen centrifugerade och evakuerade omväxlande tills
luftbubblorna i blandningen forsvunnit.
600g av CMC-lösningen placerades i en plastbägare (800ml), vilken
utsattes för vacuum under en tidsperiod på 30 minuter för att avlägsna
luftbubblor ur lösningen.

Extruderingsbadet.

20 Extruderingsbadet hade en volym på 8 l. Det bestod ursprungligen av 95
vol% etanol och 5 vol% vatten. Till badet tillsattes sedan
aluminiumklorid. Mangden aluminiumklorid i badet varierades som
visas i figur 3 och 4. Koncentrationen av aluminiumklorid sjunker under
processen, allteftersom fibrerna absorberar saltet. Det är därför
nödvändigt att tillsätta aluminiumklorid under spinningsprocessen.
Koncentrationen av aluminiumklorid lats aldrig sjunka mer än 10%
under förfarandet.

Aluminiumhalt i fibrerna

30 CMC-fibrer med olika aluminiumhalt framställdes genom att halten
aluminium i extruderingsbadet varierades. Resultatet med Cekol 10000
som utgångsmaterial visas i figur 3 och resultatet med Cekol 50000
som utgångsmaterial visas i figur 4.

Exempel 2 - Tillverkning av CMC-fibrer med olika bad.

5 För att undersöka om fibrer kunde bildas i extruderingsbad med olika
 sammansättning utfördes tester med aluminium-, järn, zirkonium-
 samt magnesiumsalter i bad med olika lösningsmedel. Den CMC som
 användes var Cekol 50000. De lösningsmedel som testades var etanol,
 metanol, isopropanol samt aceton. Följande sammansättningar
 testades:

	<u>Metallsalt</u>	<u>Vätska</u>
10		
1.	4.4 g AlCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
15	2. 4.4 g AlCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% metanol + 5 vol-%
20	3. 4.4 g AlCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	85 vol-% aceton + 15 vol-%
25	4. 4.4 g AlCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% isopropanol + 5 vol-%
30	5. 5.3 g FeCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
35	6. 5.3 g FeCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% metanol + 5 vol-%
40	7. 5.3 g FeCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% aceton + 5 vol-%
45	8. 5.3 g FeCl ₃ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% isopropanol + 5 vol-%
	9. 6.0 g ZrCl ₄ /liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
	10. 6.0 g ZrCl ₄ /liter lösning vatten	95 vol-% metanol + 5 vol-%
	11. 6.0 g ZrCl ₄ /liter lösning vatten	95 vol-% isopropanol + 5 vol-%
	12. 15.5 g MgCl ₂ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% etanol + 5 vol-%
	13. 15.5 g MgCl ₂ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	95 vol-% metanol + 5 vol-%
	14. 15.5 g MgCl ₂ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	78 vol-% aceton + 22 vol-%
	15. 15.5 g MgCl ₂ ·6H ₂ O/liter lösning vatten	90 vol-% isopropanol + 10 vol-%

Resultat

Med samtliga sammansättningar på extruderingsbadet erhölls fibrer.

5 Exempel 3 - polyelektrolyter som tvärbindare.

CMC-fibrer tillverkades från Cekol 50000 enligt uppförningen varvid spinnbad innehållande polyelektrolyter upplösta i 80 vol% etanol och 20 vol% vatten användes. Sammansättningen hos de olika spinnbaden
10 beskrivs nedan.

	<u>Polyelektrolyt</u>	<u>Handelsnamn</u>	<u>Halt(vikts%)</u>
15	Polyvinylamin	Basocoll(BASF)	0.05
	Polybrene (kvartär polyamin)	Polybrene(Aldrich)	0.1

Resultat

20 Fibrer kunde framställas i båda baden.

Exempel 4 - Tillverkning av fibrer från olika typer av polysackarider.

5 Koncentrerade vattenlösningar tillverkades av nedanstående polysackarider.

	<u>Polysackarid</u>	<u>Handelsnamn(Tillverkare)</u>	<u>Koncentration (vikts%)</u>
10	CMC	Cekol 2000(Metsä-Serla OY)	12
	CMC	Cekol 4000(Metsä-Serla OY)	10
	CMC	Cekol 10000(Metsä-Serla OY)	8
15	CMC	Cekol 30000(Metsä-Serla OY)	7.5
	CMC	Cekol 50000(Metsä-Serla OY)	7
20	Guargummi	Meypro Guar(Meyhall)	10
	Bean gum	Meypro LBG(Meyhall)	10
	Pektin	Genu pectin type X-0905 (Copenhagen Pectin)	5
25			

Dessa losningar användes sedan för tillverkning av fibrer enligt uppförningen i ett spinnbad bestaende av 8 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /l i 95vol% etanol och 5 vol% vatten.

30

Resultat

Av alla dessa polysackarider kunde fibrer framställas.

Exempel 5 - Kovalent tvarbindning av spunna CMC-fibrer.

35

CMC-fibrer framställda från Cekol 50000 enligt exempel 1, spunna i ett bad innehållande 3 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /l i 95 vol% etanol och 5 vol% vatten användes för detta försök. 5 g fibrer klippta till en längd av 6 mm

tillsattes till en glasbägare innehållande 250 ml destillerat vatten och fick svälla i ca. 1 minut. Därefter tillsattes 250 ml av en 2 vikts% lösning av 2,4,6-triklor-1,3,5-triazin i aceton.

- 5 Efter lugn omrörning i 5 minuter började en 2.5 M NaOH-lösning tillsättas droppvis under fortsatt omrörning. Totalt tillsattes 30 ml NaOH-lösning under en perod av 15 minuter. Efter ytterligare 30 minuters lugn omrörning avskildes vätskan och fibrerna tvättades upprepigt med 95 vol% etanol. Efter detta torkades fibrerna i
10 rumstemperatur.

Exempel 6 - Karaktärisering av absorptionsegenskaper med hjälp av vätskeporosimetri.

15 Vätskeporosimetri

Fibernätverk tillverkade av fibrer framställda enligt uppsinningen karaktäriserades med hjälp av en PVD (Pore Volume Distribution)-apparat tillverkad av Textile Research Institute, Princeton, USA. PVD-apparaterns funktion beskrivs noggrannt i Miller, B. och Tyomkin, L. Text. Res. J. 56 (1986)35 och kortfattat nedan.

Provet tillförs vätska (i detta fall 0.9% NaCl-lösning resp. sk syntetiskt urin) i överskott och får absorbera vätskan under en viss tid (i detta fall 5 h). Sedan placeras provet 13 i en kammare 14 på ett membran 15 och en porös platta 16, en mekanisk belastning (i detta fall 2.5 kPa) läggs på i form av en blyvikt. Därefter försluts kammaren och lufttrycket i kammaren ökas successivt i steg med hjälp av ett datorstyrta tryckhållningssystem varvid vätskan lämnar provet genom ett membran med små porer (i detta fall 0.22 µm). Vikten av den utpressade vätskan registreras av en balansväg 17.

Enligt Laplace-ekvation [1] motsvarar ett visst tryck en viss porradius.

35

$$\Delta P = \frac{2\gamma \cos\theta}{r}$$

[1]

dar

	ΔP	=	Tryck för att hydraliskt pressa ut vätska
	γ	=	Vätskans ytspänning
5	θ	=	Kontaktvinkel mellan vätska och undersökt material
	r	=	Porradien

- 10 Vid konstant ytspänning och kontaktvinkel är således tryckökningen omvänt proportionellt mot porradien.

Detta ger ett samband mellan tryckskillnaden och vätskevolym som schematiskt kan beskrivas enligt figuren i figur 7.

- 15 Om detta kumulativa samband deriveras erhålls en porvolymsdistribution, schematisk beskriven av figuren i figur 8. Distributionsfunktionen talar om hur mycket av vätskan som hålls av porer med en viss storlek.
- 20 I detta arbete har vätska i porer större än $3 \mu\text{m}$ definierats som kapillärvätska och vätska i porer mindre än $3 \mu\text{m}$ som gelvätska. Kapillärvätskan finns i porer mellan fibrerna medan gelvätskan återfinns i fibrernas inre och i porer på fiberytan.
- 25 Enligt Laplace-ekvation [1] krävs ett hogre tryck för att avlägsna gelvätskan än den kapillart bundna vätskan. Man kan därför säga att gelvätskan är "härt" bunden till materialet medan den kapillära vätskan är losare bunden.
- 30 Vid jämförelse mellan så kallade superabsorbenter och massafibrer är skillnaden i gel- vätskeinnehåll mycket stor om vätskan är vatten, 0,9% NaCl-lösning, så kallat syntetiskt urin eller annat som sväller superabsorbenter.
- 35 Denna vätskeporosimetri-metod ger således goda möjligheter att undersöka materialets förmåga att hålla härt bunden vätska samt en distributionsfunktion som beskriver hur den kapillära, losare bundna, vätskan hålls i materialet.

I figur 9 visas schematiskt PVD-apparatens uppbyggnad.

5 Fibrer från exempel 1, spunna i ett bad innehållande $3\text{ g AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O/l i}$
95vol% etanol och 5 vol% vatten, samt fibrer från exempel 5
karakteriseras med PVD-apparat vilken beskrivits ovan.
Provkorpor av ovan angivna fibrer formades. Sk. syntetiskt urin
användes som testvätska och materialen belastades med 2.5 kPa under
mätningen.

10 För jämförelse testades även följande material:

1. CTMP (Mölnlycke)
2. Sulfatmassa (Korsnäs)
15 3. Superabsorbentpulver, Sanwet IM 2200D (Hoechst)

Resultat

20 I tabell 1 visas de erhållna värdena gällande gelvätska, kapillärt bunden
vätska samt den totalt absorberade vätskemängden.

8888888888

Tabell 1

	<u>Prov</u>	<u>Gelvätska(g/g)</u>	<u>Kapillär vätska(g/g)</u>	<u>Total vätska(g/g)</u>
5	CTMP	1.37	8.78	10.75
	Sulfatmassa	0.86	6.24	7.10
10	Sanwet IM 2200 D	16.85	16.12	32.97
	CMC-fibrer exempel 1	19.90	10.00	29.90
15	CMC-fibrer exempel 5	14.40	16.85	31.25

20 Sanwet IM 2200D och CMC-fibrerna uppvisar flera gånger så hög gelvätskeupptagningsförmåga som massafibrerna. Om CMC-fibrerna från exempel 1 och 5 jämförs, ses att de kovalent tvärbundna fibrerna från exempel 5 har hogr upptagning av kapillärt bunden vätska.

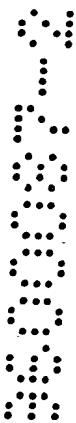
25 I figur 10 och 11 visas porvolymsfördelningen för de testade materialen. I figur 11 ses att fibernetverken gjorda av kovalent tvärbundna CMC-fibrer uppvisar större porer än de ej kovalent tvärbundna fibrerna. Detta bör vara en fördel ur flödesmotståndssynpunkt, när vätskan skall transporteras mellan fibrerna i ett absorberande alster. Porstrukturen hos den kommersiella polyakrylatsuperabsorbenten Sanwet IM 2200 D är liknande den hos den kovalent tvärbundna CMC-fibern från exempel 5.

Exempel 7 - Svällningskapacitet hos fibrerna

5 **Fri svällningskapacitet är definierat som den svällningskapacitet ett material har vilket inte utsätts för något tryck.**

10 I figur 5 visas fri svällningskapacitet för CMC-fibrer framställda enligt exempel 1 från Cekol 50000 och med en aluminiumhalt på 7.7g/kg. De vätskor som testades var 0.9% NaCl, syntetisk urin och syntetisk mensvätska. Med syntetiskt urin och syntetisk mensvätska avses syntetiskt framställda vätskor som försöks efterlikna de naturliga motsvarigheterna vad beträffar fysikaliska egenskaper och kemisk sammansättning.

15 I figur 6 visas en jämförelse beträffande fri svällning mellan CMC-fibrer framställda enligt exempel 1 från Cekol 50000, aluminiumhalt 7.7 g/kg och två kommersiellt tillgängliga CMC-material, Aqualon ACU D-3273 (Hercules) och E228-95 (Hoechst). I figuren kan ses att CMC-fibrer tillverkade enligt exempel 1 har högre fri svällningskapacitet än de kommersiellt tillgängliga CMC-materialen.



Patentkrav

1. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber, kännetecknat av att polysackariden löses upp i ett lösningsmedel och att lösningen sprutas ut i ett bad innehållande ett med vatten blandbart organiskt lösningsmedel samt en tvärbindare.

5

2. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt krav 1, kännetecknat av att polysackaridfibrenna efter badet sträcks, rullas upp, torkas och klipps.

10

3. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt krav 1 eller 2, kännetecknat av att det organiska lösningsmedlet är en alkohol eller en keton.

4. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt krav 3, kännetecknat av att det organiska lösningsmedlet är metanol, etanol, isopropanol eller aceton.

15

5. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att tvärbindaren består av en polyelektrolyt.

20

6. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt krav 5, kännetecknat av att tvärbindaren är polyvinylamin eller Polybrene[®] (hexadimetrinbromid).

7. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt något av kraven 1-4, kännetecknat av att tvärbindaren består av ett salt där katjonen i saltet är en metalljon.

8. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt krav 7, kännetecknat av att katjonen i saltet är två- eller tre- eller fyrvärd.

9. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt krav 8, kännetecknat av att katjonen i saltet är kalcium, magnesium, järn, aluminium eller zirkonium.

5

10. 8. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt något av kraven 7-9, kännetecknat av att anjonen i metallsaltet är klorid.

10

11. 10. Förfarande för framställning av polysackaridsfiber enligt något av ovanstående krav, kännetecknat av att polysackariden utgörs av karboximetylcellulosa, stärkelse, cellulosaxanthan, gelan, chitin, chitosan, guargummi eller alginat.

15

12. 11. Förfarande för tillverkning av polysackaridsfiber enligt någon av föregående krav, kännetecknat av att fibern tvärbinds kovalent i ett föjande steg.

)

13. 12. Polysackaridsfiber, kännetecknad av att den är framställd enligt något av föregående krav.

14. 13. Polysackaridsfiber, kännetecknad av att den är lösningsmedelsspunnen, uppvisar en substitutionsgrad som är större än 0.35, är tvärbunden samt att den är olöslig men svällbar i vatten.



15. 14. Absorberande struktur i absorberande alster, såsom en blöja, ett inkontinensskydd eller en dambinda kännetecknad av ett i den absorberande strukturen ingår polysackaridfibrer framställda enligt något av kraven 1-11.

Sammanfattning

Uppfinningen avser ett förfarande för framställning av polysackaridsfiber (8) enligt vilket polysackariden löses upp och sprutas ut i ett bad (7) innehållande ett med vatten blandbart organiskt lösningsmedel samt en tvärbindare. Uppfinningen avser även en polysackaridsfiber (8) framställd genom förfarandet samt ett absorberande alster innehållande polysackaridfibern (8).

9
1
6
5
3
10:

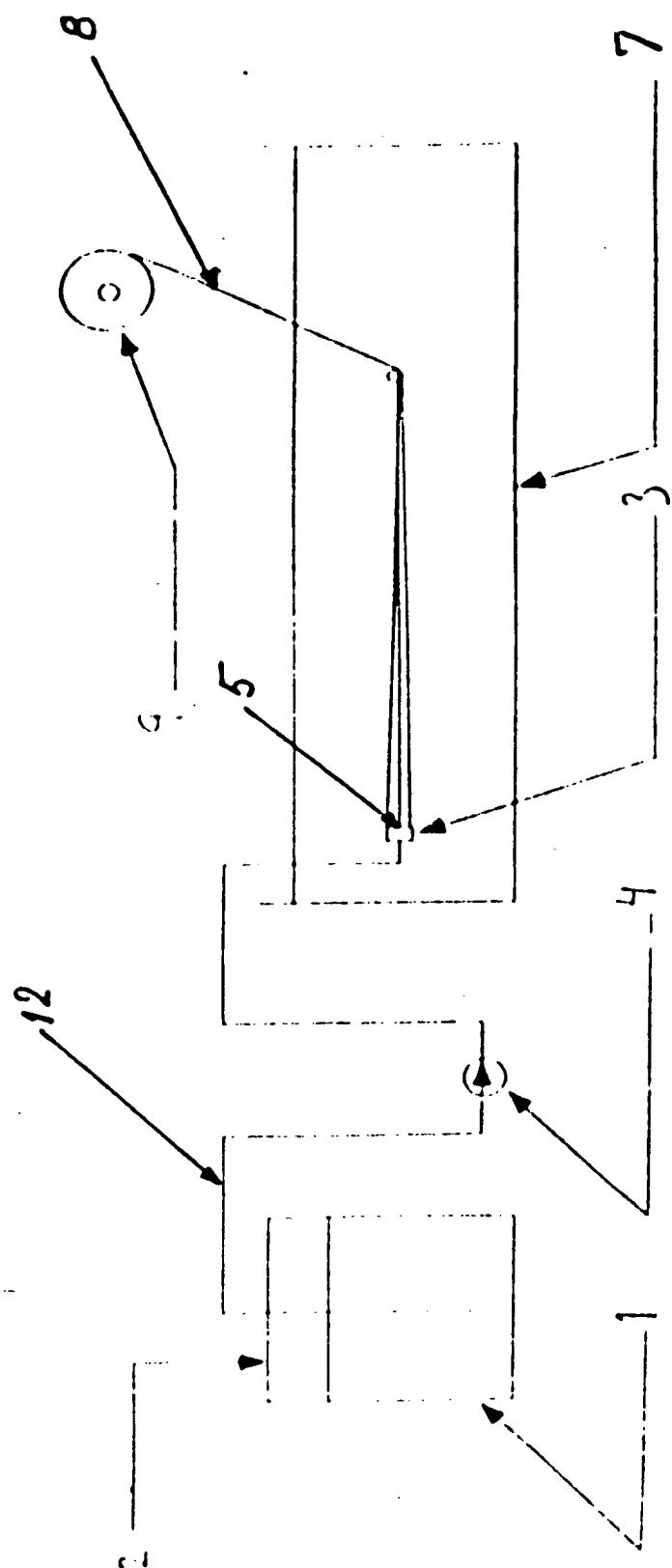


Fig. 1

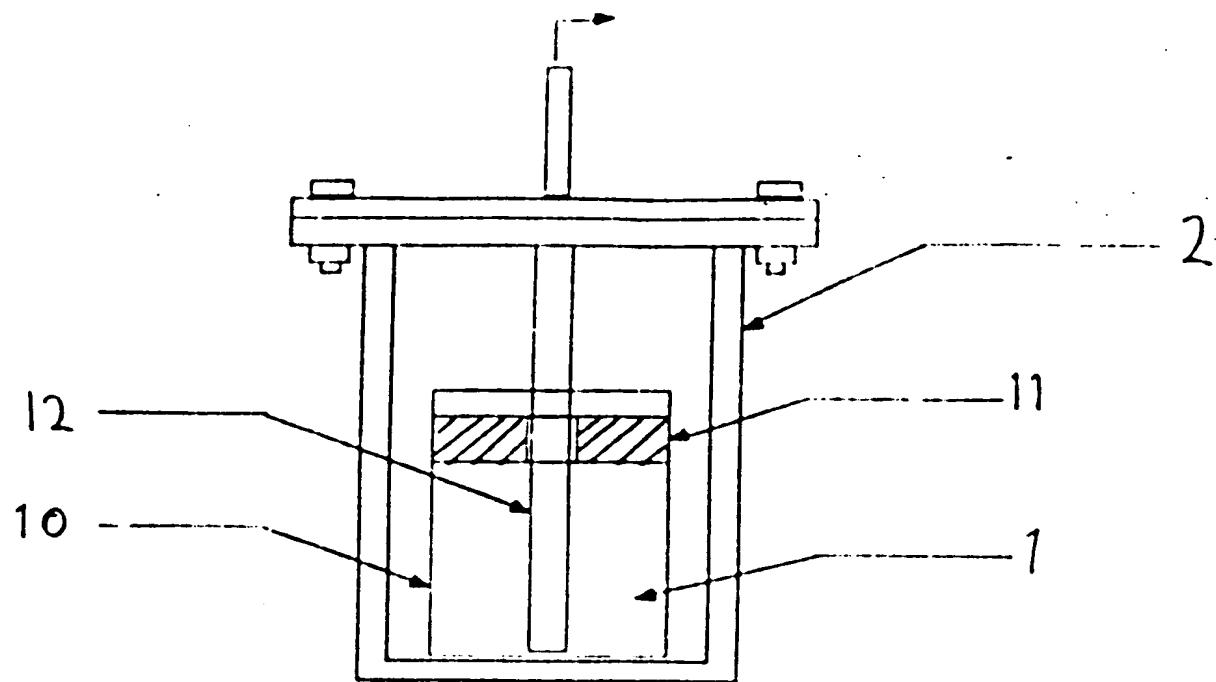


Fig. 2

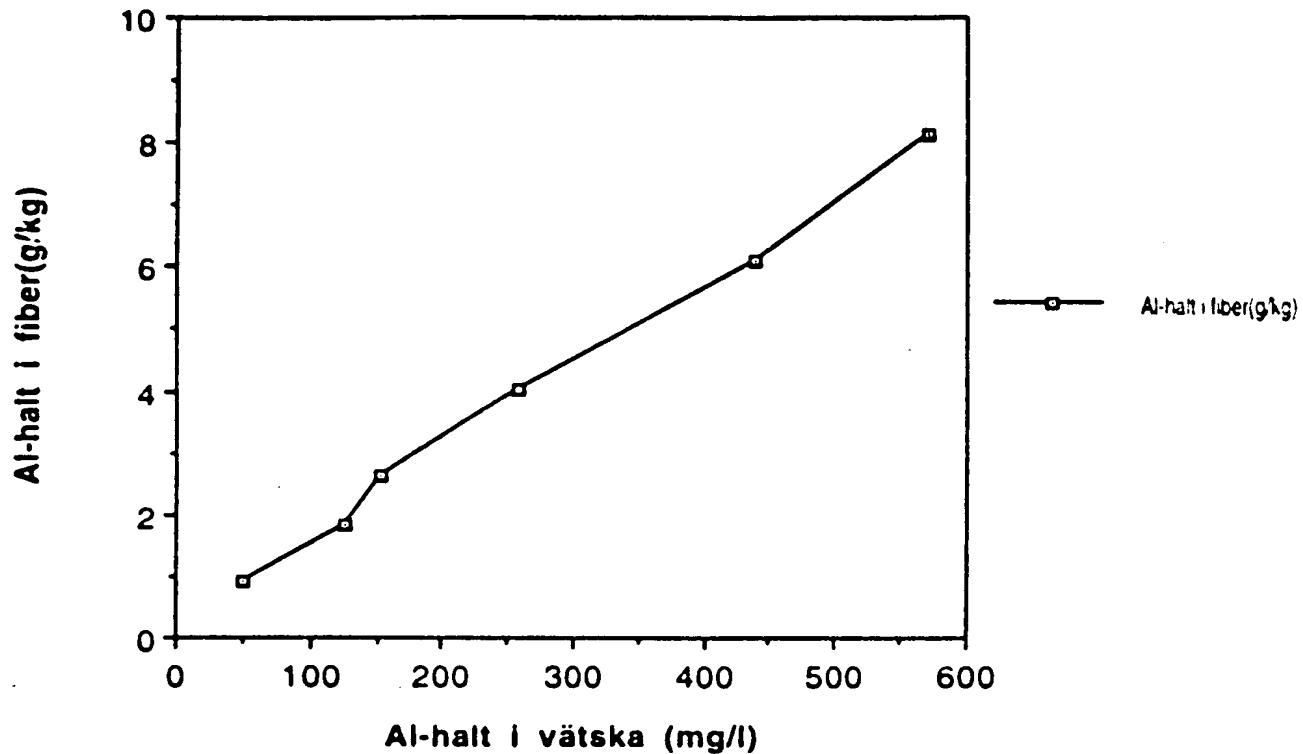


Fig. 3

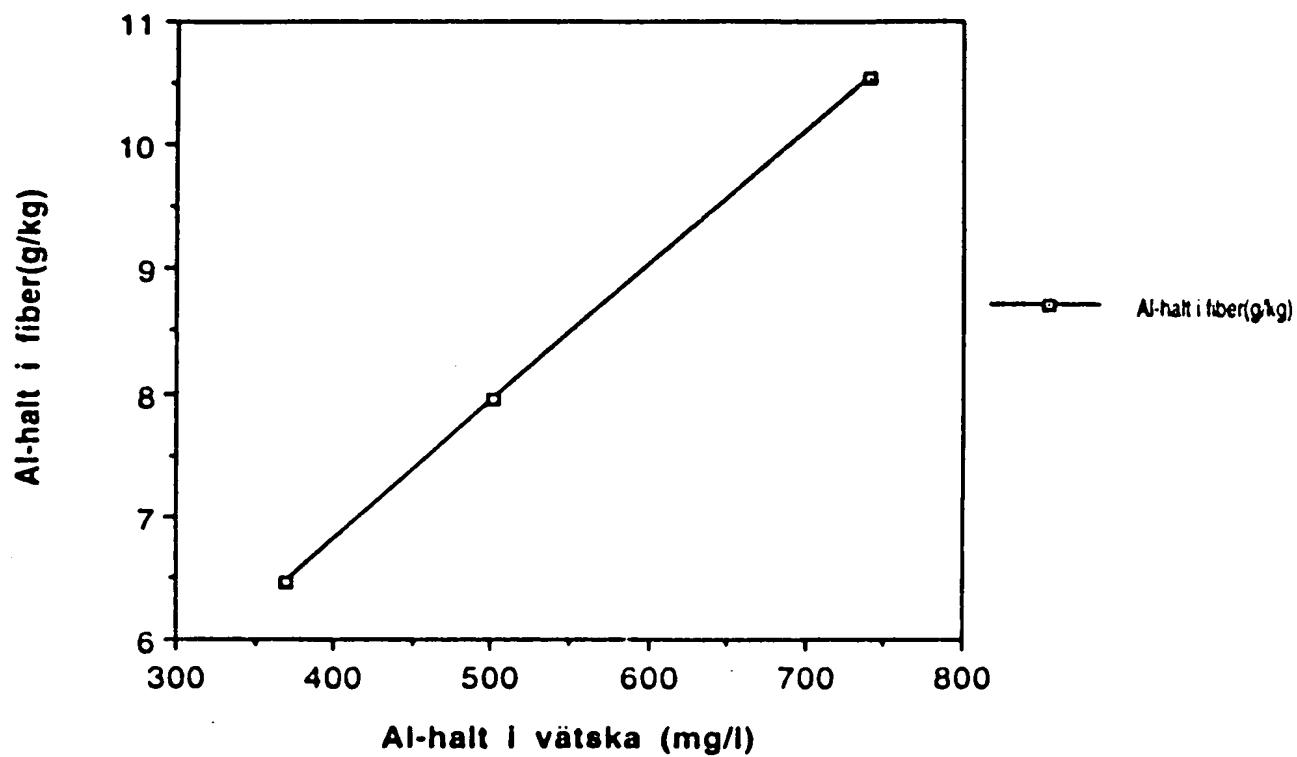


Fig. 4

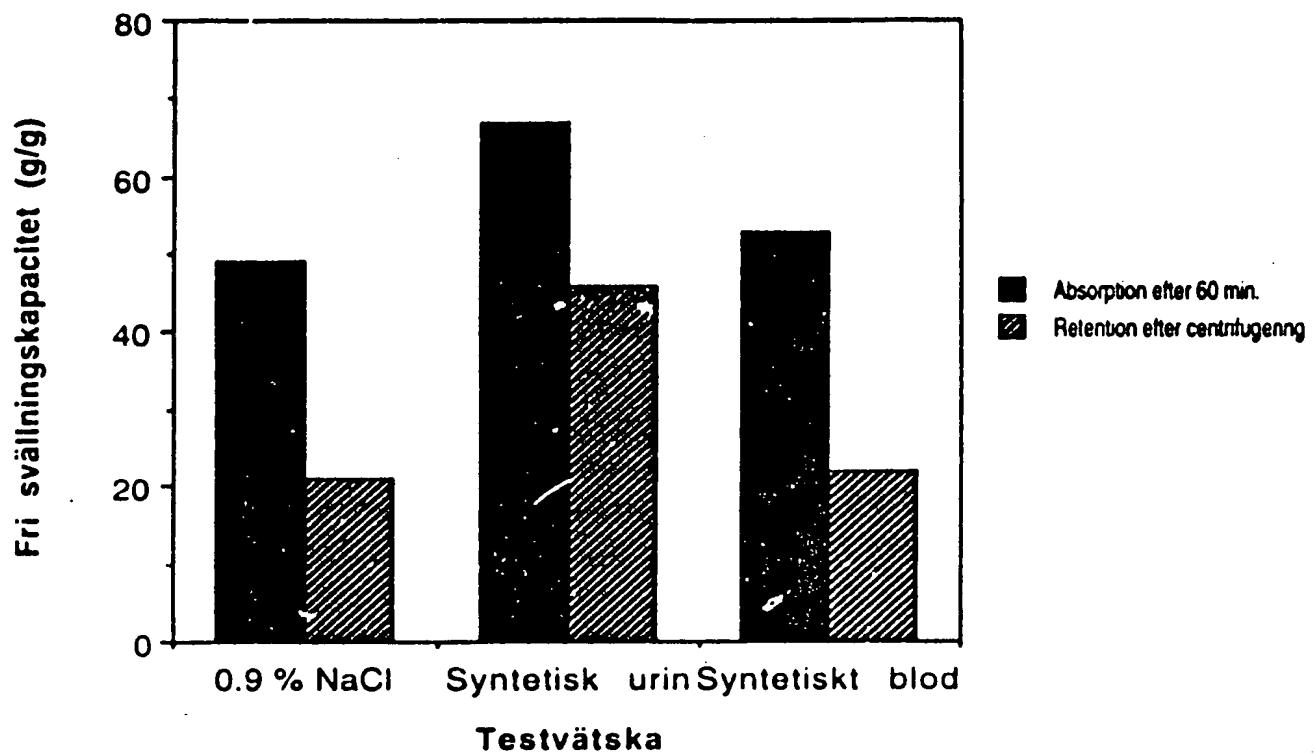


Fig. 5

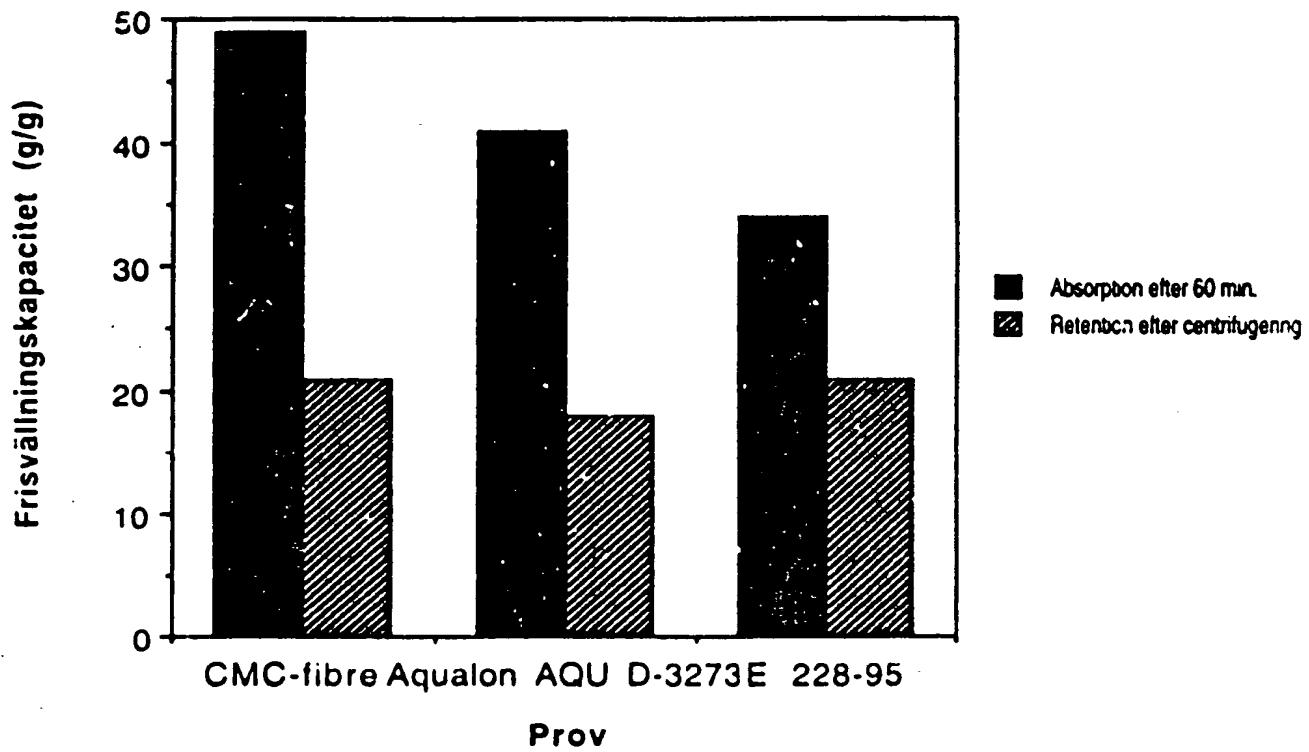


Fig. 6

228-95

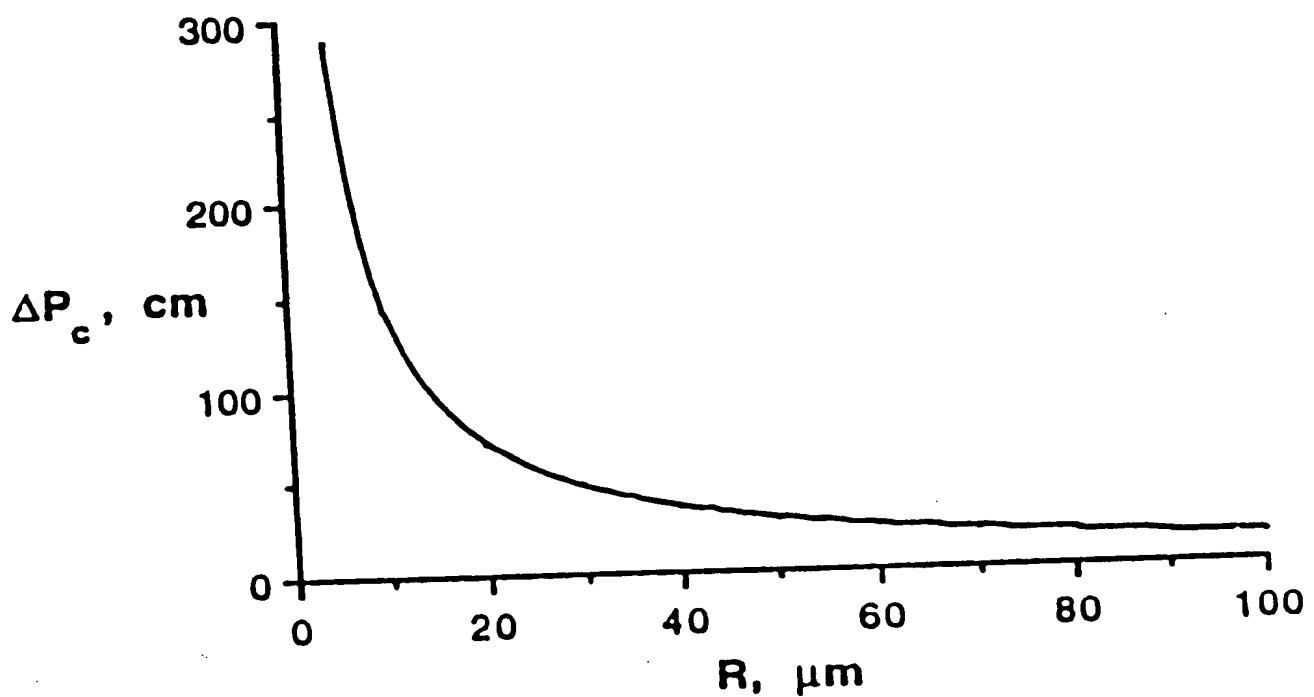


Fig. 7

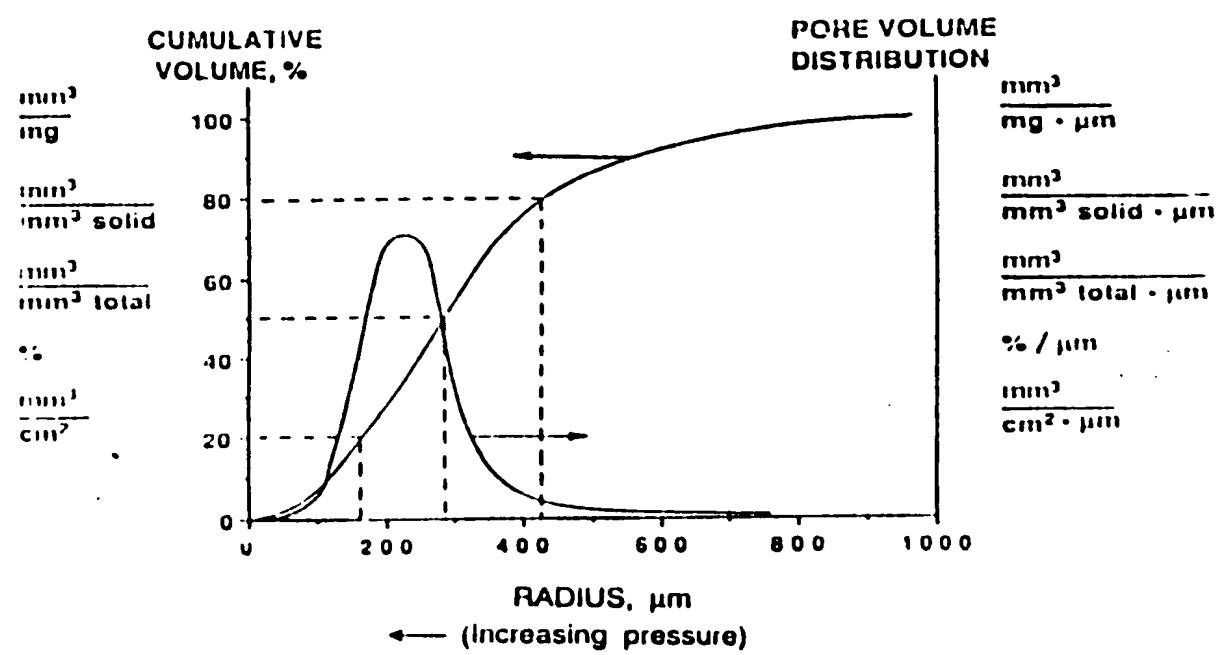


Fig. 8

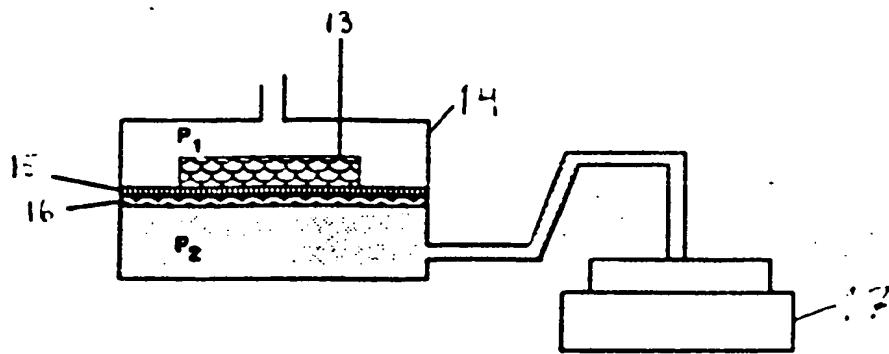


Fig. 9

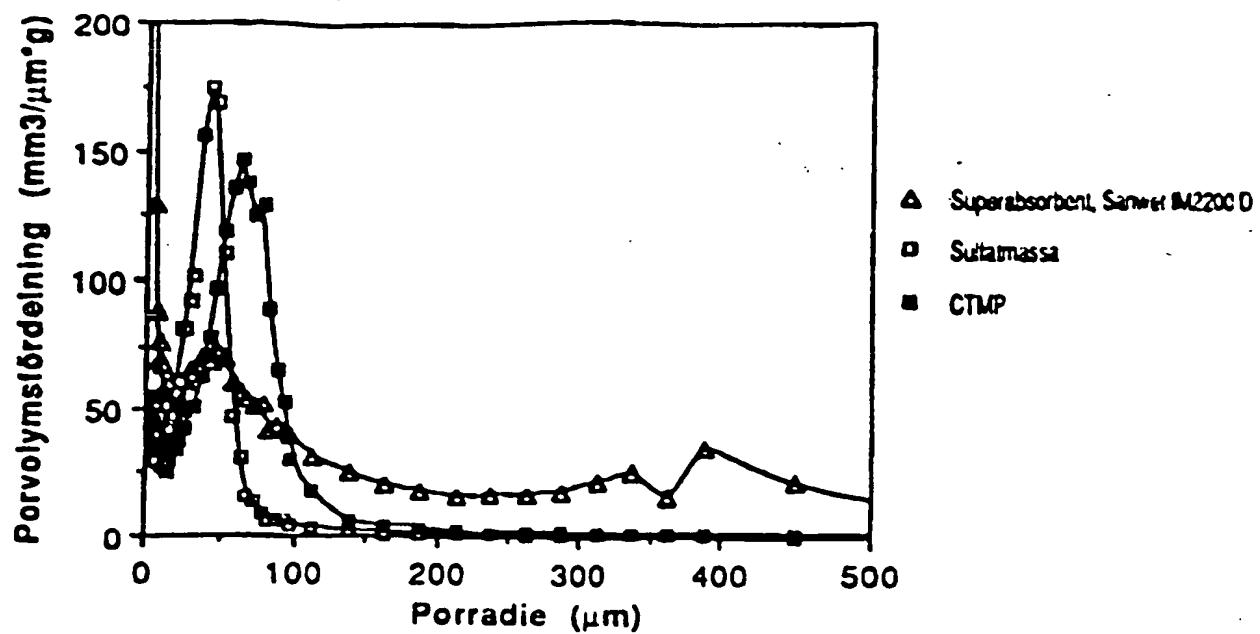


Fig. 10

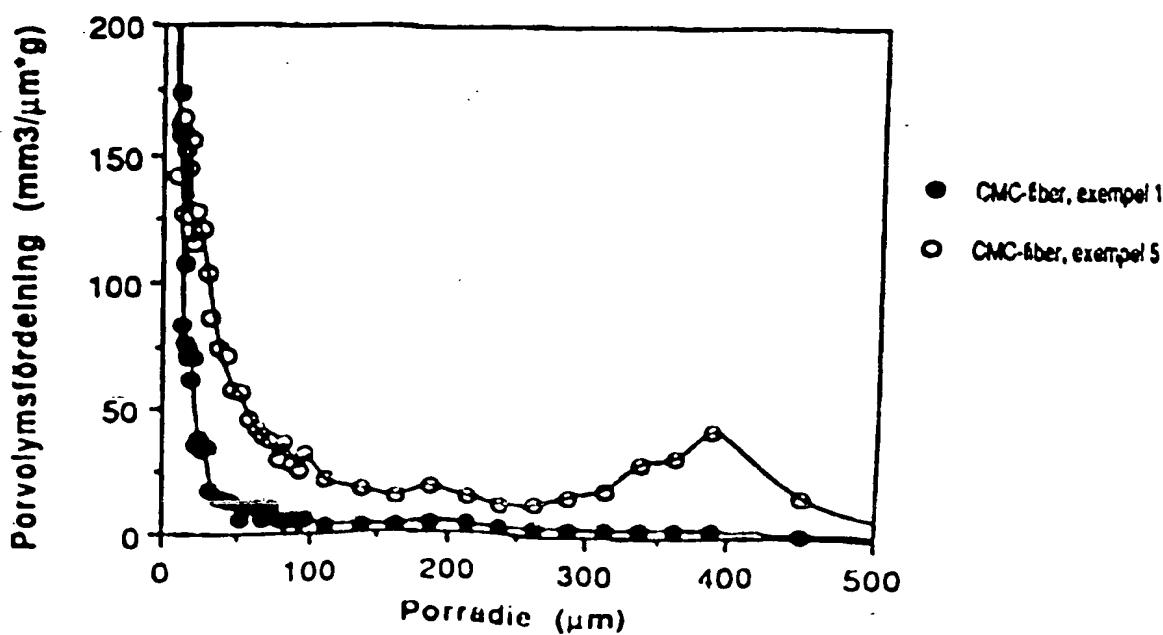


Fig. 11

THIS PAGE BLANK (USPTO)